



**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

**Aktenzeichen:** 102 40 972.2

**Anmeldetag:** 2. September 2002

**Anmelder/Inhaber:** BASF Coatings AG, Münster/DE

**Bezeichnung:** Metallpigmente enthaltende, wässrige Pigment-  
pasten und ihre Verwendung zur Herstellung von  
effektgebenden wässrigen Beschichtungsstoffen

**IPC:** C 09 D 17/00

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der  
ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 9. September 2003  
Deutsches Patent- und Markenamt  
Der Präsident  
Im Auftrag

Stempel



The Chemical Company

**Fax Cover Sheet**

To Examiner Barbara Campbell  
USPTO

From Anne Sabourin  
BASF Corporation  
26701 Telegraph Road  
Southfield, MI 48034

Fax 703-746-6705  
Phone 703-308-9140 (X 217)

Fax 1-248-948-2093  
Phone 1-248-948-2021

Date 8/17/05

Pages (including cover page)

Subject US Serial No. 10/522,835; PAT 01 087

cc-

---

**Comments:** Enclosed are the priority document and translation of the priority document for the above referenced case.

PAT 01087.PCT  
BASF Coatings AG

14.08.2003

**Metallpigmente enthaltende, wässrige Pigmentpasten und ihre Verwendung zur Herstellung von effektgebenden wässrigen Beschichtungsstoffen**

- 5 Die vorliegende Erfindung betrifft neue Metall-, insbesondere Aluminium-Pigmente enthaltende, von Bindemitteln und Reibharzen freie, wässrige Pigmentpasten. Außerdem betrifft die vorliegende Erfindung die Verwendung der neuen, Metallpigmente enthaltenden, von Bindemitteln und Reibharzen freien, wässrigen Pigmentpasten für die Herstellung von effektgebenden wässrigen Beschichtungsstoffen. Außerdem betrifft die vorliegende Erfindung ein neues Verfahren zur Herstellung von effektgebenden wässrigen Beschichtungsstoffen.

Die Verwendung von Metall- oder Aluminiumeffektpigmenten in Wasserbasislacken an sich ist seit langem bekannt.

Wegen ihrer vergleichsweise großen Empfindlichkeit gegen mechanische Einwirkung bereiten Metall- insbesondere Aluminium-Pigmente allerdings Probleme bei der Einarbeitung in wässrige Beschichtungsstoffe, insbesondere Wasserbasislacke.

Die Metallpigmente werden üblicherweise in organischen Lösemitteln mit oder ohne Bindemittel angelsgt oder angerieben.

- 25 Nachteilig ist auch, dass die betreffenden Pigmentpasten nur eine sehr begrenzte Lagerfähigkeit von maximal wenigen Tagen haben. Danach kommt es zum Absetzen und zur Bildung von Stippen und Koagulaten, was die Qualität der farb- und/oder effektgebenden Mehrschichtlackierungen u.a. durch Wolkenbildung verringert. Auch für die großtechnische Lackierung in der Linie beim Automobilhersteller ist die mangelhafte Lagerfähigkeit ein großes Problem. So können die Pigmentpasten nicht auf

PAT 01087 PCT

14.08.2003

2

Vorrat in größeren Mengen produziert werden, was aber aus wirtschaftlichen Gründen wünschenswert wäre. Auch die Transportfähigkeit der Pigmentpasten lässt stark zu wünschen übrig. Dadurch entfällt die Möglichkeit, die Pigmentpasten an einem Produktionsstandort mit optimalen Produktions-Bedingungen herzustellen und zu den Kunden zu transportieren. Außerdem müssen die Pigmentpasten für das Nachtönen von Wasserbasislacken jedesmal neu hergestellt werden.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, eine neue Metall-, insbesondere Aluminium-Pigmente enthaltende, wässrige Pigmentpaste bereitzustellen, die die Nachteile des Standes der Technik nicht mehr länger aufweist, sondern die bei einem möglichst geringen Gehalt an organischen Lösemitteln, Additiven und polymeren Bindemitteln stabil, lagerfähig, transportfähig und ohne Beschädigung der Metallpigmente in einfacher Weise herstellbar ist. Vorzugsweise soll die neue, Metallpigmente enthaltende, wässrige Pigmentpaste bis zu 3 Monate ohne Absetzen und ohne Bildung von Stippen und Koagulaten lagerfähig sein.

Die neue, Metallpigmente enthaltende, wässrige Pigmentpaste soll an einem Produktionsstandort, der optimale Bedingungen bietet, hergestellt und zu den Kunden, insbesondere zu den Automobilherstellern, transportiert werden können. In dieser Weise soll der Aufwand für die Lagerhaltung signifikant verringert werden. Außerdem soll die neue, Metallpigmente enthaltende, wässrige Pigmentpaste in den Ringleitungen der Lackieranlagen problemlos geschert werden können, ohne dass sie geschädigt wird.

Die neue, Metallpigmente enthaltende, wässrige Pigmentpaste soll die Herstellung lagerfähiger, transportierbarer, farbstabiler, effektstabiler und leicht applizierbarer, wässriger Beschichtungsstoffe, insbesondere Wasserbasislacke, ermöglichen, die hervorragende farb- und/oder effekt-

PAT 01087 PCT

14.08.2003

3

gebende Mehrschicht-Lackierungen von Automobilqualität (vgl. hierzu auch das europäische Patent EP 0 352 298 B 1, Seite 15, Zeile 42, bis Seite 17, Zeile 40) liefern.

- 5 Demgemäß wurde die neue, Metallpigmente enthaltende, von Bindemitteln und Reibharzen freie, wässrige Pigmentpaste gefunden, die, bezogen auf ihre Gesamtmenge,

- 10 (A) 15 bis 40 Gew.-% mindestens eines Metallpigments,
- (B) 0,45 bis 0,75 Gew.-% mindestens eines nichtassoziativ wirkenden Verdickers aus mindestens einem Methacrylatcopolymerisat auf Basis von (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-Alkyl(meth)acrylat und (Meth)acrylsäure,
- 15 (C) 0,1 bis 0,4 Gew.-% mindestens eines organischen Amins,
- (D) 0,5 bis 8 Gew.-% mindestens eines nichtionischen Tensids und
- (E) mindestens 50 Gew.-% Wasser
- 20 enthält und im Folgenden als »erfindungsgemäße Pigmentpaste« bezeichnet wird.

Die erfindungsgemäße Pigmentpaste kann darüber hinaus alle üblicherweise in Pigmentpasten und/oder Beschichtungsstoffen verwendeten weiteren Bestandteile und Additive enthalten.

Außerdem wurde die neue Verwendung der erfindungsgemäßen Pigmentpaste zur Herstellung von effektgebenden, insbesondere farb- und

30 effektgebenden, wässrigen Beschichtungsstoffen gefunden, die im Folgenden als »erfindungsgemäße Verwendung« bezeichnet wird.

PAT 01087 PCT

14.08.2003

4

Nicht zuletzt wurde das neue Verfahren zur Herstellung eines effektgebenden oder eines farb- und effektgebenden, wässrigen Beschichtungsstoffs gefunden, bei dem man mindestens eine Pigmentpaste mit mindestens einem wässrigen Mischlack, enthaltend mindestens ein wasserlösliches und/oder -dispergierbares Bindemittel, vermischt und die resultierende Mischung homogenisiert, wobei man mindestens eine erfindungsgemäße Pigmentpaste mit dem Mischlack in einer Menge vermischt, dass der resultierende effektgebende oder farb- und effektgebende, wässrige Beschichtungsstoff, bezogen auf seine Gesamtmenge,

- 0,1 bis 6 Gew.-% mindestens eines Metallpigments (A),
  - 0,05 bis 2 Gew.-% mindestens eines nichtassoziativ wirkenden Verdickers (B) aus mindestens einem Methacrylatcopolymerisat auf Basis von (C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>)-Alkyl(meth)acrylat und (Meth)acrylsäure und
  - 0,02 bis 2,4 Gew.-% mindestens eines nichtionischen Tensids (D)
- enthält.

Im folgenden wird das neue Verfahren zur Herstellung eines effektgebenden Beschichtungsstoffs als »erfindungsgemäßes Verfahren« bezeichnet.

Im Hinblick auf den Stand der Technik war es überraschend und für den Fachmann nicht vorhersehbar, dass die Aufgabe, die der vorliegenden Erfindung zugrunde lag, mit Hilfe der erfindungsgemäßen Pigmentpaste gelöst werden konnte, ohne dass dabei die eingangs geschilderten Nachteile des Standes der Technik auftraten.

30

PAT 01087 PCT

14.08.2003

5

Die erfindungsgemäße Pigmentpaste war ohne Beschädigung der Metallpigmente in einfacher Weise herstellbar. Dabei war sie im wesentlichen oder völlig frei von organischen Lösemitteln, Bindemitteln und Reibharzen. Auch mussten nur vergleichsweise geringe Mengen an Additiven zugesetzt werden. Dennoch war die erfindungsgemäße Pigmentpaste überraschenderweise stabil, transportfähig und lagerfähig. Besonders überraschend war, dass die erfindungsgemäße Pigmentpaste bis zu 3 Monate ohne Absetzen und ohne Bildung von Stippen und Koagulaten lagerfähig war.

10

Die erfindungsgemäße Pigmentpaste konnte an einem Produktionsstandort, der optimale Bedingungen bot, hergestellt und zu den Kunden, insbesondere zu den Automobilherstellern, transportiert werden. In dieser Weise konnte der Aufwand für die Lagerhaltung beim Kunden signifikant verringert werden. Außerdem konnte die erfindungsgemäße Pigmentpaste in den Ringleitungen der Lackieranlagen problemlos geschert werden, ohne dass sie geschädigt wurde.

Überraschenderweise lieferte die erfindungsgemäße Pigmentpaste lagerfähige, transportfähige, farbtone stabile, effektstabile und leicht applizierbare, wässrige Beschichtungsstoffe, insbesondere Wasserbasislacke.

Die Wasserbasislacke ermöglichten die Herstellung hervorragender effektgebender oder farb- und effektgebender Mehrschichtlackierungen von Automobilqualität. Gemäß dem europäischen Patent EP 0 352 298 B 1, Seite 15, Zeile 42, bis Seite 17, Zeile 14, bedeutet dies, dass die betreffenden Mehrschichtlackierungen

- (1) einen hohen Glanz,
- 30 (2) eine hohe Abbildungsunterscheidbarkeit,
- (3) ein hohes und gleichmäßiges Deckvermögen,

PAT 01087 PCT

14.08.2003

6

- (4) eine einheitliche Trockenschichtdicke,
- (5) eine hohe Benzinbeständigkeit,
- (6) eine hohe Lösemittelbeständigkeit,
- (7) eine hohe Säurebeständigkeit,
- 5 (8) eine hohe Härte,
- (9) eine hohe Abriebfestigkeit,
- (10) eine hohe Kratzfestigkeit,
- (11) eine hohe Schlagfestigkeit,
- (12) eine hohe Zwischenschichthaftung und Haftung auf dem Substrat und
- 10 (13) eine hohe Witterungsstabilität und UV-Beständigkeit

aufwiesen.

Die erfindungsgemäße Pigmentpaste ist von Bindemitteln und Reibharzen  
15 frei. Zu dem Begriff »Bindemittel« wird auf Römpp Lexikon Lacke und  
Druckfarben, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York, 1998, »Bindemittel«,  
Seiten 73 und 74, verwiesen. Reibharze dienen dem Anreiben von  
Pigmenten, »Anreiben«, Seite 34) zur Herstellung von Pigmentpasten  
oder Pigmentpräparationen (vgl. Römpp Lexikon Lacke und Druckfarben,  
20 Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York, 1998, »Pigmentpräparationen«,  
Seite 452). Sie sind Bindemittel, die eine besonders hohe Fähigkeit  
zur Dispergierung von Pigmenten aufweisen.

Im Rahmen der vorliegenden Erfindung bedeutet »von Bindemitteln und  
25 Reibharzen frei«, dass die erfindungsgemäße Pigmentpaste keine Bindemittel  
und keine Reibharze enthält oder nur so geringe Mengen hiervon,  
dass die anwendungstechnischen Eigenschaften der erfindungsgemäßen  
Pigmentpaste hierdurch nicht geprägt, insbesondere nicht nachteilig beeinflusst  
werden.

30



PAT 01087 PCT

14.08.2003

7

Vorzugsweise ist die erfindungsgemäße Pigmentpaste auch frei von organischen Lösemitteln. Dies bedeutet, dass die erfindungsgemäße Pigmentpaste nur so geringe Mengen an organischen Lösemitteln enthält, dass die anwendungstechnischen Eigenschaften der erfindungsgemäßen Pigmentpaste hierdurch nicht geprägt, insbesondere nicht nachteilig beeinflusst werden. Vorzugsweise liegt der Gehalt an organischen Lösemitteln, bezogen auf die erfindungsgemäßen Pigmentpaste, unter 10, bevorzugt unter 5 und besonders bevorzugt unter 1 Gew.-% und insbesondere unterhalb der Nachweisgrenze der organischen Lösemittel.

10

Die erfindungsgemäße Pigmentpaste enthält mindestens ein Metallpigment (A) und vorzugsweise mindestens zwei, bevorzugt mindestens drei und insbesondere zwei Metallpigmente (A). Unter Metallpigmenten versteht man feinteilige, meist blättchenförmige metallische Pigmente, die als Pulver oder Pigmentpasten in den Handel kommen. Man unterscheidet zwischen Metalleffektpigmenten und solchen Metalleffektpigmenten, die funktionelle Aufgaben erfüllen, z. B. im Korrosionsschutz, als leitfähige Pigmente oder zum Schutz gegen elektromagnetische Strahlung (EMI-Shielding), s. Tabelle. Neben den blättchenförmigen Metalleffektpigmenten (Flakes) gibt es Stäube mit kugelförmigen Partikeln (Zink-Staub, Blei-Staub) und das dendritische Kupfer-Pulver (vgl. Römpp Lexikon Lacke und Druckfarben, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York, 1998, S. 381 „Metallpigmente“).

## 25 Übersicht über Metallpigmente

Metalleffektpigmente	Funktionelle Pigmente
Aluminium-Pigmente	Blei-Staub
Goldbronzen	Zink-Staub
	Kupfer-Pulver
	Zink-Pigmente
	Leitfähige Pigmente

PAT 01087 PCT

14.08.2003

8

Die Metallpigmente (A) sind in der erfindungsgemäßen Pigmentpaste, bezogen auf ihre Gesamtmenge, in einer Menge von 15 bis 40 und insbesondere 22 Gew.-% enthalten. Dabei handelt es sich vorteilhafterweise um Aluminiumpigmente.

Unter Aluminium-Pigmenten (Aluminiumbronze, Silberbronze) werden blättchenförmige Metalleffekt-Pigmente, die aus Hüttenaluminium der Mindestreinheit 99,5% (DIN EN 573-3; 1994-12) bzw. Reinaluminium der Mindestreinheit 99,95% nach dem Hall- Bzw. Hametag-Verfahren hergestellt werden, verstanden. Aluminium-Pigmente dienen der Effektgebung (Metalleffekt) z. B. in Automobildecklacken, Hammerschlag-, Chromeffekt- u.a. Effektlacken sowie in Druckfarben. Sie werden aber auch als funktionelle Pigmente in Korrosionsschutz-Beschichtungen (Barrierewirkung), Reflexionslacken u.a. Spezialgebieten eingesetzt. Eine relativ neue Entwicklung sind Effektpigmente, bei denen das Aluminium-Blättchen mit einer dünnen Schicht Eisenoxid überzogen ist (Eisenoxid-Aluminium-Pigmente). Durch Interferenz an dieser Schicht tritt neben dem Metalleffekt ein Farbeffekt auf (vgl. Römpf Lexikon Lacke und Druckfarben, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York, 1998, S. 24 „Aluminium-Pigmente“).

Darüber hinaus kann die erfindungsgemäße Pigmentpaste noch mindestens ein von den Metallpigmenten (A) unterschiedliches Pigment enthalten, das vorzugsweise aus der Gruppe, bestehend aus organischen und anorganischen, farbgebenden, optisch effektgebenden, elektrisch leitfähigen, magnetischen, magnetisch abschirmenden, fluoreszierenden, phosphoreszierenden, korrosionshemmenden und füllenden Pigmenten, Pigmenten, die mindestens zwei dieser Eigenschaften aufweisen, und Nanopartikeln ausgewählt wird, sofern ein solches zusätzliches Pigment nicht die anwendungstechnischen Eigenschaften der erfindungsgemäßen Pig-

PAT 01087 PCT

14.08.2003

9

mentpaste nachteilig beeinflusst. Vorzugsweise enthält die erfindungsgemäße Pigmentpaste kein weiteres Pigment.

Die erfindungsgemäße Pigmentpaste enthält, bezogen auf ihre Gesamtmenge, 0,45 bis 0,75, insbesondere 0,5 bis 0,7 Gew.-%, mindestens eines, insbesondere eines, nichtassoziativ wirkenden Verdickers aus mindestens einem Methacrylatcopolymerisat auf Basis von (C<sub>1</sub>-C<sub>5</sub>)-Alkyl(meth)-Acrylat und (Meth)acrylsäure, insbesondere Methacrylsäure. Vorzugsweise enthält der Verdicker (B) mindestens zwei unterschiedliche (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-Alkyl(meth)acrylatmonomere einpolymerisiert. Bevorzugt enthält er, bezogen auf seine Gesamtmenge, 40 bis 60 Gew.-% Methacrylsäure einpolymerisiert. Vorzugsweise wird der Verdicker (B) in der Form einer wässrigen Dispersion eingesetzt. Besonders bevorzugt werden die Dispersionen der Verdicker (B) verwendet, wie sie beispielsweise in den deutschen Patentanmeldungen DE 196 52 842 A 1, Spalte 3, Zeile 42, bis Spalte 4, Zeile 4, oder DE 197 41 554 A 1, Spalte 2, Zeile 54, bis Spalte 3, Zeile 15, beschrieben werden. Ganz besonders bevorzugt wird eine wässrige Dispersion des Verdickers (B) verwendet, die unter der Marke Viscalex® HV 30 von der Firma Allied vertrieben wird und einen Gehalt an Verdicker (B) von 30 Gew.-% hat.

Die erfindungsgemäße Pigmentpaste enthält, bezogen auf ihre Gesamtmenge, 0,1 bis 0,4, insbesondere 0,2 bis 0,3 Gew.-%, mindestens eines, insbesondere eines organischen Amins (C). Vorzugsweise wird das Amin (C) aus der Gruppe der tertiären Amine, vorzugsweise der tertiären Alkylamine und insbesondere der tertiären Hydroxyalkylamine ausgewählt. Beispiele geeigneter tertiärer Hydroxyalkylamine sind Triethanolamin, Methyl-diethanolamin und Dimethylethanolamin, insbesondere Dimethylethanolamin.

30

PAT 01087 PCT

14.08.2003

10

Die erfindungsgemäße Pigmentpaste enthält desweiteren, bezogen auf ihre Gesamtmenge, 0,5 bis 8, insbesondere 0,61 Gew.-% mindestens eines nichtionischen Tensids. Erfindungsgemäß kommen als nichtionische Tenside oder Niotenside (vgl. Römpf Lexikon Lacke und Druckfarben, Georg Thieme Verlag, 1998, Seite 410, »Niotenside«) Tenside in Betracht, deren Hydrophilie durch Polyetherketten, Hydroxylgruppen, Carbonsäureamidgruppen, Urethangruppen und/oder Estergruppen, eingestellt wird. Niotenside sind handelsübliche Produkte und werden beispielsweise unter der Marke Tegodispers® 740 von der Firma Tego, unter der Marke Hydropalat® 3037 von der Firma Cognis oder unter der Marke Setalux® 6802 AQ 4 von der Firma Akzo vertrieben. Vorzugsweise werden Tegodispers® 740 und Hydropalat® 3037 eingesetzt. Hydropalat® 3037 ist ein siloconfreies oberflächenaktives Verlaufsadditiv für wässrige Systeme mit einer Hydroxylzahl von 73 bis 83 mg KOH/g und einer Verseifungszahl (DGF C-V 3) 56 bis 62. Tegodispers® 740 ist ein nichtionisches, modifiziertes Fettsäurederivat, das aromaten-, amin- und nonylphenoethoxylatfrei ist. Besonders geeignet ist Surfynol.

Die erfindungsgemäße Pigmentpaste enthält nicht zuletzt, bezogen auf ihre Gesamtmenge, mindestens 50 bevorzugt mindestens 52, insbesondere bevorzugt 54 Gew.-% Wasser.

Darüber hinaus kann die erfindungsgemäße Pigmentpaste noch übliche und bekannte Zusatzstoffe, wie lackübliche Additive, enthalten. Es ist indes ein besonderer Vorteil der erfindungsgemäßen Pigmentpaste, dass sie keine weiteren Zusatzstoffe enthalten muss, um die erfindungsgemäßen Vorteile zu erzielen.

Die Herstellung der erfindungsgemäßen Pigmentpaste erfordert keine methodischen Besonderheiten, sondern erfolgt nach den üblichen und bekannten Methoden der Herstellung von Pigmentpasten oder Pigmentzube-

PAT 01087 PCT

14.08.2003

11

reitungen durch Vermischen der vorstehend beschriebenen Bestandteile in geeigneten Mischaggregaten wie Rührkessel, Dissolver, Ultraturax, In-line-Dissolver, Rührwerksmühlen, Perlmühlen oder Extruder. Dabei kann der Fachmann anhand seines allgemeinen Fachwissens die Verfahren  
5 und Vorrichtungen so auswählen, dass die jeweils zu dispergierenden Metallpigmente (A) nicht geschädigt werden.

Erfindungsgemäß wird die erfindungsgemäße Pigmentpaste für die Herstellung effektgebender oder farb- und effektgebender, wässriger Beschichtungsstoffe, insbesondere Wasserbasislacke, verwendet.  
10

Hierzu wird die erfindungsgemäße Pigmentpaste mit mindestens einem wässrigen Mischlack vermischt, wonach die resultierende Mischung homogenisiert wird. Vorzugsweise werden hierfür die vorstehend beschriebenen Verfahren und Vorrichtungen verwendet.  
15

Der Mischlack enthält mindestens ein wasserlösliches und/oder -dispergierbares Bindemittel. Vorzugsweise wird das Bindemittel aus der Gruppe, bestehend aus statistisch, alternierend und blockartig aufgebauten, linearen, verzweigten und kammartig aufgebauten (Co)Polymerisaten von ethylenisch ungesättigten Monomeren oder Polyadditionsharzen und/oder Polykondensationsharzen, ausgewählt. Zu diesen Begriffen wird auf Römpf Lexikon Lacke und Druckfarben, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York, 1998, Seite 457, »Polyaddition« und »Polyadditionsharze  
20 (Polyaddukte)«, sowie Seiten 463 und 464, »Polykondensate«, »Polykondensation« und »Polykondensationsharze«, sowie Seiten 73 und 74, »Bindemittel«, verwiesen.  
25

Vorzugsweise werden die (Co)Polymerisate von ethylenisch ungesättigten Monomeren aus der Gruppe, bestehend aus (Meth)Acrylat(co)polymerisaten und partiell verseiften Polyvinylestern, ins-  
30

PAT 01087 PCT

14.08.2003

12

besondere (Meth)Acrylatcopolymerisaten, und die Polyadditionsharze und/oder Polykondensationsharze aus der Gruppe, bestehend aus Polyester, Alkyden, Polyurethanen, Polylactonen, Polycarbonaten, Polyethern, Epoxidharz-Amin-Addukten, Polyhamstoffen, Polyamiden, Polyimiden, Polyester-Polyurethanen, Polyether-Polyurethanen oder Polyester-Polyether-Polyurethanen, insbesondere Polyester-Polyurethanen, ausgewählt.

10 Ganz besonders bevorzugt werden die Bindemittel verwendet, wie sie in üblichen und bekannten Wasserbasislacken eingesetzt werden. Bindemittel dieser Art werden beispielsweise in der deutschen Patentanmeldung DE 196 52 842 A 1, Spalte 2, Zeile 53, bis Spalte 3, Zeile 46, und in der deutschen Patentanmeldung DE 199 14 896 A 1, Spalte 5, Zeile 34, bis Spalte 11, Zeile 5, beschrieben.

15

Die Bindemittel werden in den für Wasserbasislacke üblichen und bekannten Mengen im Mischlack eingesetzt.

20 Darüber hinaus kann der Mischlack noch übliche und bekannte Vernetzungsmittel, und Additive in den üblichen und bekannten Mengen enthalten, wie sie beispielsweise in der deutschen Patentanmeldung DE 199 14 896 A 1, Spalte 11, Zeile 6, bis Spalte 16, Zeile 16, beschrieben werden.

25 Wesentlich ist, dass die erfindungsgemäße Pigmentpaste bei dem erfindungsgemäßen Verfahren in einer Menge eingesetzt wird, dass der resultierende effektgebende oder farb- und effektgebende, wässrige Beschichtungsstoff, bezogen auf seine Gesamtmenge

- 0,1 bis 6 Gew.-% mindestens eines der Metallpigmente (A),

30

PAT 01087 PCT

14.08.2003

13

- 0,05 bis 2 Gew.-% mindestens einen der nichtassoziativ wirkenden Verdicker (B) aus mindestens einem Methacrylatcopolymerisat auf Basis von (C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>)-Alkyl(meth)acrylat und (Meth)acrylsäure und
- 5 - 0,02 bis 2,4 Gew.-% mindestens eines der nichtionischen Tenside (D)

enthält.

- 10 Die resultierenden wässrigen Beschichtungsstoffe, insbesondere die Wasserbasislacke, können physikalisch, thermisch selbst- und/oder fremdvernetzend, mit aktinischer Strahlung oder thermisch und mit aktinischer Strahlung härtbar sein. Unter aktinischer Strahlung ist nahes Infrarot (NIR), sichtbares Licht, UV-Strahlung oder Röntgenstrahlung, insbesondere UV-Strahlung, sowie Korpuskularstrahlung, wie Elektronenstrahlung, zu
- 15 verstehen. Die gemeinsame thermische Härtung und Härtung mit aktinischer Strahlung wird von der Fachwelt auch als Dual-Cure bezeichnet.

- Vorzugsweise werden die Wasserbasislacke für die Herstellung von eff-
- 20 fektgebenden oder farb- und effektgebende Mehrschichtlackierungen auf grundierten und ungrundierten Substraten eingesetzt.

- Als Substrate kommen alle zu lackierenden Oberflächen, die durch eine Härtung der hierauf befindlichen Lackierungen unter Anwendung von Hitze oder Hitze und aktinischer Strahlung nicht geschädigt werden, in Betracht. Geeignete Substrate bestehen beispielsweise aus Metallen, Kunststoffen, Holz, Keramik, Stein, Textil, Faserverbunden, Leder, Glas, Glasfasern, Glas- und Steinwolle, mineral- und harzgebundenen Baustoffen, wie Gips- und Zementplatten oder Dachziegel, sowie Verbunden dieser Materialien. Die Oberflächen dieser Materialien können bereits vorlackiert oder
- 30 vorbeschichtet sein.

PAT 01087 PCT

14.08.2003

14

Demgemäß sind die Wasserbasislacke für das Lackieren von Kraftfahrzeugkarosserien und Teilen hiervon, Kraftfahrzeugen im Innen- und Außenbereich, Bauwerken im Innen- und Außenbereich, Türen, Fenstern  
5 und Möbeln sowie im Rahmen der industriellen Lackierung für das Lackieren von Kunststoffteilen, insbesondere transparenten Kunststoffteilen, Kleinteilen, Coils, Container, Emballagen, elektrotechnischen Bauteilen und weißer Ware sowie für das Beschichten von Hohlglasartikeln besonders gut geeignet.

10

Ganz besonders gut geeignet sind die Wasserbasislacke für die Originallackierung (OEM) und Reparaturlackierung von Kraftfahrzeugen, insbesondere von PKW.

15 Im Falle elektrisch leitfähiger Substrate können Grundierungen verwendet werden, die in üblicher und bekannter Weise aus Elektrotauchlacken (ETL) hergestellt werden. Hierfür kommen sowohl anodische (ATL) als auch kathodische (KTL) Elektrotauchlacke, insbesondere aber KTL, in Betracht.

20

Mit der erfindungsgemäßen Beschichtung können auch grundierte oder nicht grundierte Kunststoffe wie z. B. ABS, AMMA, ASA, CA, CAB, EP, UF, CF, MF, MPF, PF, PAN, PA, PE, HDPE, LDPE, LLDPE, UHMWPE, PET, PMMA, PP, PS, SB, PUR, PVC, RF, SAN, PBT, PPE, POM, PUR-  
25 RIM, SMC, BMC, PP-EPDM und UP (Kurzbezeichnungen nach DIN 7728T1) sowie deren Polymerblends oder die mit diesen Kunststoffen hergestellten faserverstärkten Kompositmaterialien lackiert werden.

Im Falle von nicht funktionalisierten und/oder unpolaren Substratoberflächen  
30 chen können diese vor der Beschichtung in bekannter Weise einer Vorbe-



PAT 01087 PCT

14.08.2003

15

handlung, wie mit einem Plasma oder mit Beflammen, unterzogen oder mit einer Hydrogrundierung versehen werden.

Die Mehrschichtlackierungen können in unterschiedlicher Weise hergestellt werden. Bevorzugt werden die in der deutschen Patentanmeldung DE 199 30 664 A 1, Seite 15, Zeile 36 bis 58, oder in der deutschen Patentanmeldung DE 199 14 896 A 1, Spalte 2, Zeile 15, bis Spalte 3, Zeilen 24, und Spalte 16, Zeile 54, bis Spalte 18, Zeile 54, beschriebenen Nass-in-nass-Verfahren eingesetzt.

10

Dabei werden die üblichen und bekannten Verfahren und Vorrichtungen zur Applikation und Härtung von Beschichtungsstoffen, insbesondere wässrigen Beschichtungsstoffen, angewandt.

15 Aufgrund der hervorragenden Verteilung der Metallpigmente (A) in der erfindungsgemäßen Pigmentpaste und ihrer Lagerstabilität resultieren letztlich Mehrschichtlackierungen von hervorragender Farbtonstabilität und Stabilität der optischen Effekte. Die Mehrschichtlackierungen können daher mit Vorteil für die Originallackierung und Reparaturlackierung von  
20 PKW der Oberklasse verwendet werden. Vorteilhafterweise enthalten die erfindungsgemäßen Beschichtungsstoffe, bezogen auf ihre Gesamtmenge zwischen 0,25 und 20 Gew.-% Pigmentpaste.

#### Beispiel

25

#### Herstellung einer pigmentfreien Beschichtungszusammensetzung B1

57,4 kg einer wässrigen Bindemittelmischung wurden mit 12,3 kg einer wässrigen Melaminharzschlämme und 1,8 kg eines Acrylatharzzusatzes vermischt.

30 Diese Mischung wurde dann noch mit insgesamt 6 kg üblichen Additiven, 1 kg einer handelsüblichen Mattierungspaste und 3 kg einer Talkumpaste

PAT 01087 PCT

14.08.2003

16

versetzt und innig vermischt. Abschließend wurde noch mit 4,5 kg Wasser und 0,5 kg Polyurethanverdicker versetzt und nochmals gerührt.

Herstellung einer erfindungsgemäßen Pigmentpaste B2

- 5 Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Pigmentpaste wurde wie folgt vorgegangen (die prozentualen Angaben sind Gew.-%):

Zunächst wurden 1,8 kg Wasser (15%) mit 0,21 kg Viscalex HV30 (1,75%) vermischt. Dann wurden weitere 4,68 kg Wasser (39%) zugegeben und danach mit 0,26 kg 10%iger Dimethylethanolaminlösung (2,17%) versetzt.

- 10 Sodann wurden 0,7 kg Surfynol (5,83%) und 0,25 kg Hydropalat 3037 (2,1%) zugegeben.

Die gesamte Mischung wurde dann für 20 Minuten gerührt.

Als nächstes wurden 4,1 kg 65%ige chromatierte Aluminiumpaste (34,15%) zugegeben und die resultierende Mischung für weitere 30 Minuten gerührt.

- 15

Herstellung einer pigmentierten Beschichtungszusammensetzung B3

Zu 86 Gew.-% der pigmentfreien Beschichtungszusammensetzung B1 wurden 12 Gew.-% der erfindungsgemäße Pigmentpaste B2 gegeben und

- 20 die beiden Bestandteile unter Beimischung von 2 kg Wasser (2%) sorgfältig gemischt.

Die resultierende pigmentierte Beschichtungszusammensetzung war weitgehend frei von Lösungsmitteln, sehr gut transportfähig und wies eine

- 25 hervorragende Lagerstabilität auf.

PAT 01087 PCT

14.08.2003

17

**Patentansprüche**

1. Von Bindemitteln und Reibharzen freie, wässrige Pigmentpaste, enthaltend, bezogen auf ihre Gesamtmenge,
- 5 (A) 15 bis 40 Gew.-% mindestens eines Metallpigments,
- (B) 0,45 bis 0,75 Gew.-% mindestens eines nichtassoziativ wirkenden Verdickers aus mindestens einem Methacrylatcopolymerisat auf Basis von (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-Alkyl(meth)acrylat und (Meth)acrylsäure,
- 10 (C) 0,1 bis 0,4 Gew.-% mindestens eines organischen Amins,
- 15 (D) 0,5 bis 8 Gew.-% mindestens eines nichtionischen Tensids und
- ... (E) mindestens 50 Gew.-% Wasser.
- 20 2. Pigmentpaste nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Verdicker (B) mindestens zwei unterschiedliche (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-Alkyl(meth)acrylatmonomere einpolymerisiert enthält.
3. Pigmentpaste nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Verdicker (B), bezogen auf seine Gesamtmenge, 40 bis 60 Gew.-% Methacrylsäure einpolymerisiert enthält.
- 25 4. Pigmentpaste nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das organische Amin (C) aus der Gruppe der tertiären Amine ausgewählt wird.
- 30

PAT 01087 PCT

14.08.2003

18

5. Pigmentpaste nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass das tertiäre Amin (C) aus der Gruppe der Hydroxyalkylamine ausgewählt wird.
- 5 6. Pigmentpaste nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Hydroxyalkylamin (C) Dimethylethanolamin ist.
7. Pigmentpaste nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Metallpigment (A) ein Aluminiumpigment ist.
- 10 8. Pigmentpaste nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass sie, bezogen auf ihre Gesamtmenge, mindestens 52, insbesondere 54 Gew.-% Wasser enthält.
- 15 9. Pigmentpaste nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass sie, bezogen auf ihre Gesamtmenge
- (A) 34 Gew.-% eines Aluminiumpigments,
- (B) 0,53 Gew.-% eines nichtassoziativ wirkenden Verdickers aus mindestens einem Methacrylatcopolymerisat auf Basis von (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-Alkyl(meth)acrylat und (Meth)acrylsäure,
- 20 (C) 0,22 Gew.-% eines organischenamins,
- (D) 0,61 Gew.-% eines nichtionischen Tensids,
- (E) 54 Gew.-% Wasser
- enthält.
- 25 10. Verwendung der von Bindemitteln und Reibharzen freien, wässrigen-Pigmentpaste gemäß einem der Ansprüche 1 bis 9 für die Herstellung effektgebender oder farb- und effektgebender, wässriger Beschichtungsstoffe.
- 30

PAT 01087 PCT

14.08.2003

19

11. Verwendung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass die wässrigen Beschichtungsstoffe Wasserbasislacke sind.
12. Verwendung nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, dass die wässrigen Beschichtungsstoffe der Herstellung effektgebender oder farb- und effektgebender Mehrschichtlackierungen dienen.
13. Verfahren zur Herstellung eines effektgebenden oder eines farb- und effektgebenden, wässrigen Beschichtungsstoffs, bei dem man mindestens eine Pigmentpaste mit mindestens einem wässrigen Mischlack, enthaltend mindestens ein wasserlösliches und/oder -dispergierbares Bindemittel, vermischt und die resultierende Mischung homogenisiert, dadurch gekennzeichnet, dass man mindestens eine von Bindemitteln und Reibharzen freie, wässrige Pigmentpaste gemäß einem der Ansprüche 1 bis 9 in einer Menge verwendet, dass der resultierende effektgebende oder farb- und effektgebende, wässrige Beschichtungsstoff, bezogen auf seine Gesamtmenge,
- 0,1 bis 6 Gew.-% mindestens eines Metallpigments (A),
  - 0,05 bis 2 Gew.-% mindestens eines nichtassoziativ wirkenden Verdickers (B) aus mindestens einem Methacrylatcopolymerisat auf Basis von (C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>)-Alkyl(meth)acrylat und (Meth)acrylsäure und
  - 0,02 bis 2,4 Gew.-% mindestens eines nichtionischen Tensids (D)
- enthält.

PAT 01087 PCT

14.08.2003

20

14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass das Bindemittel aus der Gruppe, bestehend aus statistisch, alternierend und blockartig aufgebauten, linearen, verzweigten und kammartig aufgebauten (Co)Polymerisaten von ethylenisch ungesättigten Monomeren oder Polyadditionsharzen und/oder Polykondensationsharzen, ausgewählt wird.
15. Verfahren nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass die (Co)Polymerisate von ethylenisch ungesättigten Monomeren aus der Gruppe, bestehend aus (Meth)Acrylat(co)polymerisaten und partiell verseiften Polyvinylestern, insbesondere (Meth)Acrylatcopolymerisaten, und die Polyadditionsharze und/oder Polykondensationsharze aus der Gruppe, bestehend aus Polyester, Alkyden, Polyurethanen, Polylactonen, Polycarbonaten, Polyethern, Epoxidharz-Amin-Addukten, Polyharnstoffen, Polyamiden, Polyimiden, Polyester-Polyurethanen, Polyether-Polyurethanen oder Polyester-Polyether-Polyurethanen, insbesondere Polyester-Polyurethanen, ausgewählt werden.

20

PAT 01087 PCT

14.08.2003

21

**Zusammenfassung**

Von Bindemitteln und Reibharzen freie, wässrige Pigmentpaste, enthal-  
5 tend, bezogen auf ihre Gesamtmenge,

- (A) 15 bis 40 Gew.-% mindestens eines Metall- insbesondere Aluminium-Pigments,
- 10 (B) 0,45 bis 0,75 Gew.-% mindestens eines nichtassoziativ wirkenden Verdickers aus mindestens einem Methacrylatcopolymerisat auf Basis von (C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>)-Alkyl(meth)acrylat und (Meth)acrylsäure,
- (C) 0,1 bis 0,4 Gew.-% mindestens eines organischen Amins,
- 15 (D) 0,5 bis 8 Gew.-% mindestens eines nichtionischen Tensids und
- (E) mindestens 50 Gew.-% Wasser;
- 20 ihre Verwendung zur Herstellung wässriger Beschichtungsstoffe und Verfahren zur Herstellung.

BASF Coatings AG  
PAT 01087 DE (A)

September 2, 2002

Aqueous pigment pastes comprising metal pigments and  
their use for producing aqueous effect coating materials

The present invention relates to novel aqueous pigment  
5 pastes comprising metal pigments, especially aluminum  
pigments, but free from binders and grinding resins.  
The present invention further relates to the use of the  
novel aqueous pigment pastes comprising metal pigments  
but free from binders and grinding resins for producing  
10 aqueous effect coating materials. The present invention  
additionally relates to a novel process for producing  
aqueous effect coating materials.

The use of metal or aluminum effect pigments in aqueous  
15 basecoat materials is well established.

On account of their comparatively high sensitivity to  
mechanical effects, however, metal pigments and  
especially aluminum pigments cause problems on  
20 incorporation into aqueous coating materials, especially  
aqueous basecoat materials.

The metal pigments are normally pasted or dispersed in  
organic solvents, with or without binders.

25

A disadvantage is that the pigment pastes in question  
have only a very limited shelf life of not more than a



- 2 -

few days. After that time, settling occurs and inhomogeneities and coagulum are formed, reducing the quality of the multicoat color and/or effect paint systems by clouding, among other phenomena. For industrial coating on the line at the automaker's plant as well, the inadequate shelf life is a major problem. Accordingly, the pigment pastes cannot be produced in sizeable amounts for holding in stock, although this would be desirable on economic grounds. The transportability of the pigment pastes also leaves much to be desired. As a result, the possibility of preparing the pigment pastes at one production site with optimum production conditions and transporting them to the customers is closed off. Moreover, for the aftertinting of aqueous basecoat materials, the pigment pastes have to be prepared anew each time.

It is an object of the present invention to provide a novel aqueous pigment paste comprising metal pigments, especially aluminium pigments, which no longer has the disadvantages of the prior art but which instead can be prepared simply, without damage to the mica pigments, transportably, stably, and stably with a minimum level of organic solvents, additives, and polymeric binders. Preferably, the novel aqueous pigment paste comprising metal pigments ought to be storable for up to 3 months without settling and without the formation of inhomogeneities or coagulum.

- 3 -

It ought to be possible to prepare the novel aqueous pigment paste comprising metal pigments at a production site which offers optimum conditions and to transport it to the customers, especially the automakers.

5 Accordingly, the stockholding complexity should be reduced significantly. Moreover, the novel aqueous pigment paste comprising metal pigments ought to be able easily to withstand shearing in the circuits of the coating plants without being damaged.

10

The novel aqueous pigment paste comprising metal pigments is intended to allow the preparation of storable, transportable aqueous coating materials, especially aqueous basecoat materials, which are stable  
15 in shade, stable in effect, and easy to apply, and which give outstanding multicoat color and/or effect paint systems of automobile quality (on this point, see also European patent EP 0 352 298 B 1, page 15 line 42 to page 17 line 40).

20

The invention accordingly provides the novel aqueous pigment paste comprising metal pigments but free from binders and grinding resins, said paste comprising based on its overall amount

25

(A) from 15 to 40% by weight of at least one metal pigment,

- 4 -

(B) from 0.45 to 0.75% by weight of at least one non-associative thickener comprising at least one methacrylate copolymer based on C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> alkyl (meth)acrylate and (meth)acrylic acid,

5

(C) from 0.1 to 0.4% by weight of at least one organic amine,

(D) from 0.5 to 8% by weight of at least one nonionic surfactant, and

10

(E) at least 50% by weight of water,

and being referred to below as "pigment paste of the invention".

15

The pigment paste of the invention may further comprise any of the additives and further constituents commonly used in pigment pastes and/or coating materials.

20

The invention also provides for the novel use of the pigment paste of the invention for producing aqueous effect, especially color and effect, coating materials, referred to below as "inventive use".

25

The invention provides not least the novel process for preparing an aqueous effect or color and effect coating material by mixing at least one pigment paste with at least one aqueous mixing varnish comprising at least

- 5 -

one water-soluble and/or -dispersible binder and homogenizing the resulting mixture, which involves mixing at least one pigment paste of the invention with the mixing varnish in an amount such that the resulting aqueous effect or color and effect coating material comprises based on its overall amount

10 - from 0.1 to 6% by weight of at least one metal pigment (A),

- from 0.05 to 2% by weight of at least one non-associative thickener (B) comprising at least one methacrylate copolymer based on C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> alkyl (meth)acrylate and (meth)acrylic acid, and

15 - from 0.02 to 2.4% by weight of at least one nonionic surfactant (D).

The novel process for preparing an effect coating material is referred to below as "process of the invention".

20 In the light of the prior art it was surprising and unforeseeable for the skilled worker that the object on which the present invention was based could be achieved by means of the pigment paste of the invention without the occurrence of the disadvantages of the prior art, depicted at the outset.

- 6 -

The pigment paste of the invention was simple to prepare without damage to the metal pigments. It was substantially or entirely free from organic solvents, binders, and grinding resins. Additionally, only  
5 comparatively small amounts of additives were needed. Despite this, the pigment paste of the invention was surprisingly stable, transportable, and storable. A particular surprise was that the pigment paste of the invention was storable for up to 3 months without  
10 settling and without the formation of inhomogeneities or coagulum.

The pigment paste of the invention could be prepared at a production site offering optimum conditions, and  
15 transported to the customers, especially the automakers. In this way it was possible to reduce significantly the complexity of stockholding for the customer. Moreover, the pigment paste of the invention could be sheared in the circuits of the coating plants readily without  
20 being damaged.

Surprisingly, the pigment paste of the invention gave storable, transportable aqueous coating materials, especially aqueous basecoat materials, which were  
25 stable in shade, stable in effect, and easy to apply.

The aqueous basecoat materials allowed the production of outstanding multicoat effect, or color and effect, paint systems of automobile quality. According to

- 7 -

European patent EP 0 352 298 B 1, page 15 line 42 to page 17 line 14, this means that the multicoat paint systems in question had

- 5 (1) high gloss,
- (2) high distinctiveness of image,
- (3) high and uniform hiding power,
- (4) uniform dry film thickness,
- (5) high gasoline resistance,
- 10 (6) high solvent resistance,
- (7) high acid resistance,
- (8) high hardness,
- (9) high abrasion resistance,
- (10) high scratch resistance,
- 15 (11) high impact strength,
- (12) high intercoat adhesion and adhesion to the substrate, and
- (13) high weathering stability and UV resistance.

20 The pigment paste of the invention is free from binders and grinding resins. Regarding the term "binders", refer to Römpp Lexikon Lacke und Druckfarben, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York, 1998; "Binders", pages 73 and 74. Grinding resins are used for dispersing  
25 pigments (cf. Römpp Lexikon Lacke und Druckfarben, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York, 1998, "Dispersing", page 34) for the purpose of preparing pigment pastes or pigment preparations (cf. Römpp Lexikon Lacke und Druckfarben, Georg Thieme Verlag, Stuttgart,

- 8 -

New York, 1998, "Pigment preparations", page 452). They are binders whose capacity for dispersing pigments is particularly high.

5 In the context of the present invention, "free from binders and grinding resins" means that the pigment paste of the invention contains no binders and no grinding resins or only amounts thereof so small that they do not characterize, and in particular do not  
10 adversely affect, the performance properties of the pigment paste of the invention.

With preference, the pigment paste of the invention is also free from organic solvents. This means that the  
15 pigment paste of the invention contains only amounts of organic solvents so small that they do not characterize, and in particular do not adversely affect, the performance properties of the pigment paste of the invention. The amount of organic solvents, based on the  
20 pigment paste of the invention, is preferably below 10%, more preferably below 5%, and with particular preference below 1% by weight, and in particular is below the detection limit of the organic solvents.

25 The pigment paste of the invention comprises at least one metal pigment (A) and preferably at least two, more preferably at least three and in particular two, metal pigments (A). By metal pigments are meant finely divided metallic pigments, usually in the form of

- 9 -

flakes, which are commercialized as powders or pigment pastes. A distinction is made between metallic pigments and those metal effect pigments which fulfill functional roles, e.g., in corrosion protection, as

5 conductive pigments, or for protecting against electromagnetic radiation (EMI shielding); see the table. Besides the metallic pigments in flake form there are dusts comprising spherical particles (zinc dust, lead dust) and the dendritic copper powder (cf.

10 Römpp Lexikon Lacke und Druckfarben, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York, 1998, p. 381 "metal pigments").

#### Overview of metal pigments

15

Metallic pigments	Functional pigments
Aluminum pigments	Lead dust
Gold bronzes	Zinc dust
	Copper powders
	Zinc pigments
	Conductive pigments

In the pigment paste of the invention, based on its overall amount, the metal pigments (A) are present in an amount of from 15 to 40% by weight and in particular

20 22% by weight. Advantageously, they are aluminum pigments.



- 10 -

Aluminum pigments (aluminum bronze, silver bronze) are metallic pigments in flake form which are produced from foundry aluminum of minimum purity 99.5% (DIN EN 573-3; 1994-12) or pure aluminum of minimum purity 99.95% by the Hall or Hametag process. Aluminum pigments are used to provide an effect (metallic effect), for example, in automotive topcoats, hammer finishes, chrome effect finishes, and other effect coatings, and also in printing inks. They are also used, however, as functional pigments in corrosion protection coatings (barrier effect), reflective coating materials, and other specialty fields. One relatively new development relates to effect pigments wherein the aluminum flake is coated with a thin iron oxide layer (iron oxide-aluminum pigments). As a result of interference at this layer, the metallic effect is accompanied by a color effect (cf. Römpp Lexikon Lacke und Druckfarben, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York, 1998, p. 24 "Aluminum pigments").

20

The pigment paste of the invention may further comprise at least one pigment other than the metal pigments (A), selected preferably from the group consisting of organic and inorganic pigments, color pigments, optical effect pigments, electrically conductive pigments, magnetic pigments, magnetically shielding pigments, fluorescent pigments, phosphorescent pigments, anticorrosion pigments, and extender pigments, pigments having at least two of these properties, and nanoparticles,

- 11 -

provided such an additional pigment does not adversely affect the performance properties of the pigment paste of the invention. With preference, the pigment paste of the invention contains no further pigment.

5

Based on its overall amount, the pigment paste of the invention contains from 0.45 to 0.75% by weight, in particular from 0.5 to 0.7% by weight, of at least one, especially one, nonassociative thickener comprising at least one methacrylate copolymer based on C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> alkyl (meth)acrylate and (meth)acrylic acid, especially methacrylic acid. The thickener (B) preferably contains in copolymerized form at least two different C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> alkyl (meth)acrylate monomers. Based on its overall amount it contains more preferably from 40 to 60% by weight of methacrylic acid in copolymerized form. The thickener (B) is used preferably in the form of an aqueous dispersion. With particular preference, use is made of the dispersions of thickeners (B) such as are described, for example, in German patent applications DE 196 52 842 A 1, column 3 line 42 to column 4 line 4, or DE 197 41 554 A 1, column 2 line 54 to column 3 line 15. Very particular preference is given to using an aqueous dispersion of the thickener (B) which is sold under the brand name Viscalex® HV 30 by Allied and has a thickener (B) content of 30% by weight.

Based on its overall amount, the pigment paste of the invention contains from 0.1 to 0.4% by weight, in

- 12 -

- particular from 0.2 to 0.3% by weight, of at least one, especially one, organic amine (C). The amine (C) is preferably selected from the group of the tertiary amines, preferably of the tertiary alkylamines, and especially of the tertiary hydroxyalkylamines. Examples of suitable tertiary hydroxyalkylamines are triethanolamine, methyldiethanolamine, and dimethylethanolamine, especially dimethylethanolamine.
- 10 Based on its overall amount, the pigment paste of the invention further contains from 0.5 to 8% by weight, in particular 0.61% by weight, of at least one nonionic surfactant. Suitable nonionic surfactants (cf. Römpp Lexikon Lacke und Druckfarben, Georg Thieme Verlag, 15 1998, page 410, "Nonionic surfactants") in accordance with the invention are surfactants whose hydrophilicity is brought about by polyether chains, hydroxyl groups, carboxamido groups, urethane groups and/or ester groups. Nonionic surfactants are 20 commercial products and are sold, for example, under the brand name Tegodispers® 740 by Tego, under the brand name Hydropalat® 3037 by Cognis, or under the brand name Setalux® 6802 AQ 4 by Akzo. Preference is given to using Tegodispers® 740 and Hydropalat® 3037.
- 25 Hydropalat® 3037 is a silicone-free surface-active leveling additive for aqueous systems, with a hydroxyl number of from 73 to 83 mg KOH/g and a hydrolysis number (DGF C-V 3) of from 56 to 62. Tegodispers® 740 is a nonionic modified fatty acid derivative free from

- 13 -

aromatics, amine, and nonylphenol ethoxylate. Surfynol is especially suitable.

Based on its overall amount, the pigment paste of the invention not least contains at least 50% by weight and  
5 preferably at least 52%, with particular preference at least 54% by weight of water.

The pigment paste of the invention may further comprise customary and known additives, such as customary  
10 coatings additives. It is, however, a particular advantage of the pigment paste of the invention that it need not contain any further additives in order to achieve the advantages according to the invention.

15 The preparation of the pigment pastes of the invention requires no peculiarities in terms of method but instead takes place in accordance with the customary and known methods of preparing pigment pastes or pigment formulations by mixing of the above-described  
20 ingredients in appropriate mixing equipment such as stirred tanks, dissolvers, Ultraturrax, inline dissolvers, stirred mills, bead mills or extruders. The skilled worker is aided on the basis of his or her general art knowledge to select the techniques and  
25 equipment in such a way that the particular metal pigments (A) to be dispersed are not damaged.

In accordance with the invention, the pigment paste of the invention is used for preparing aqueous effect, or

- 14 -

color and effect, coating materials, especially aqueous basecoat materials.

For this purpose, the pigment paste of the invention is mixed with at least one aqueous mixing varnish and then  
5 the resulting mixture is homogenized. This is preferably carried out using the techniques and equipment described above.

The mixing varnish comprises at least one water-soluble  
10 and/or -dispersible binder. The binder is preferably selected from the group consisting of random, alternating, and block, linear, branched, and comb addition (co)polymers of ethylenically unsaturated monomers or polyaddition resins and/or polycondensation  
15 resins. Regarding these terms, refer to Römpp Lexikon Lacke und Druckfarben, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York, 1998, page 457, "Polyaddition" and "Polyaddition resins (polyadducts)", and also pages 463 and 464, "Polycondensates", "Polycondensation" and "Poly-  
20 condensation resins", and also pages 73 and 74, "Binders".

The addition (co)polymers of ethylenically unsaturated monomers are preferably selected from the group  
25 consisting of (meth)acrylate (co)polymers and partially hydrolyzed polyvinyl esters, especially (meth)acrylate copolymers, and the polyaddition resins and/or polycondensation resins are preferably selected from the group consisting of polyesters, alkyds, polyurethanes,

- 15 -

polylactones, polycarbonates, polyethers, epoxy resin-  
amine adducts, polyureas, polyamides, polyimides,  
polyester-polyurethanes, polyether-polyurethanes, and  
polyester-polyether-polyurethanes, especially polyester-  
5 polyurethanes.

Very particular preference is given to using the  
binders such as are employed in customary and known  
aqueous basecoat materials. Binders of this kind are  
10 described, for example, in German patent application  
DE 196 52 842 A 1, column 2 line 53 to column 3 line 46,  
and in German patent application DE 199 14 896 A 1,  
column 5 line 34 to column 11 line 5.

15 The binders are used in the mixing varnish in the  
amounts which are customary and known for aqueous  
basecoat materials.

The mixing varnish may further comprise customary and  
20 known crosslinking agents, and additives in the  
customary and known amounts such as are described, for  
example, in German patent application DE 199 14 896  
A 1, column 11 line 6 to column 16 line 16.

25 It is essential that in the process of the invention  
the pigment paste of the invention is used in an amount  
such that the resulting aqueous effect, or color and  
effect, coating material contains based on its overall  
amount

- 16 -

- from 0.1 to 6% by weight of at least one of the metal pigments (A),
- from 0.05 to 2% by weight of at least one of the nonassociative thickeners (B) comprising at least one methacrylate copolymer based on C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> alkyl (meth)acrylate and (meth)acrylic acid, and
- from 0.02 to 2.4% by weight of at least one of the nonionic surfactants (D).

The resulting aqueous coating materials, especially the aqueous basecoat materials, may be curable physically, thermally with self-crosslinking and/or external cross-linking, with actinic radiation, or thermally and with actinic radiation. By actinic radiation is meant near infrared (NIR), visible light, UV radiation or X-rays, especially UV radiation, and also corpuscular radiation, such as electron beams. Conjoint thermal curing and curing with actinic radiation is also referred to by those in the art as dual cure.

The aqueous basecoat materials are preferably used for producing multicoat effect, or color and effect, paint systems on primed and unprimed substrates.

Suitable substrates include all surfaces to be coated which are not damaged by curing of the coating systems present thereon using heat or heat and actinic

- 17 -

radiation. Suitable substrates consist, for example, of metals, plastics, wood, ceramic, stone, textile, fiber composites, leather, glass, glass fibers, glass wool, rock wool, mineral-bound and resin-bound building materials, such as plasterboard and cement slabs or roof shingles, and also combinations of these materials. The surfaces of these materials may have already been painted or coated.

10 Accordingly, the aqueous basecoat materials are especially suitable for painting motor vehicle bodies and parts thereof, the interior and exterior of motor vehicles, the interior and exterior of buildings, doors, windows, and furniture, and, in the context of  
15 industrial coating, for the painting of parts made of plastic, especially transparent plastics parts, small parts, coils, containers, packaging, electrical components, and white goods, and also for the coating of hollow glassware.

20

The aqueous basecoat materials are very suitable indeed for the original (OEM) finishing and refinish of motor vehicles, especially automobiles.

25 In the case of electrically conductive substrates, primers can be used, which are produced in a customary and known manner from electrocoat materials. Both anodic and cathodic electrocoat materials are suitable for this purpose, but especially cathodic electrocoats.



- 18 -

The coating of the invention may also be used to paint primed or unprimed plastics such as, for example, ABS, AMMA, ASA, CA, CAB, EP, UF, CF, MF, MPF, PF, PAN, PA, PE, HDPE, LDPE, LLDPE, UHMWPE, PET, PMMA, PP, PS, SB, 5 PUR, PVC, RF, SAN, PBT, PPE, POM, PUR-RIM, SMC, BMC, PP-EPDM and UP (codes according to DIN 7728T1) and polymer blends thereof, or the fiber reinforced composite materials produced using these plastics.

10 Nonfunctionalized and/or apolar substrate surfaces may be subjected prior to coating in a known manner to a pretreatment, such as with a plasma or by flaming, or provided with a hydro primer.

15 The multicoat paint systems may be produced in a variety of ways. Preference is given to the wet-on-wet techniques described in German patent application DE 199 30 664 A 1, page 15 lines 36 to 58, or in German patent application DE 199 14 896 A 1, column 2 line 15 20 to column 3 line 24 and column 16 line 54 to column 18 line 54.

This is done using the customary and known techniques and equipment for the application and curing of coating 25 materials, especially aqueous coating materials.

Owing to the outstanding distribution of the metal pigments (A) in the pigment paste of the invention, and its storage stability, the end results are multicoat

- 19 -

paint systems of outstanding shade stability and stability of the optical effects. The multicoat paint systems may therefore be used with advantage for the OEM finishing and refinish of top-class automobiles.

5 The coating materials of the invention advantageously contain based on their total amount between 0.25 and 20% by weight of pigment paste.

#### Example

10

#### Preparation of a pigment-free coating composition B1

57.4 kg of an aqueous binder mixture were combined with 12.3 kg of an aqueous melamine resin suspension and 1.8 kg of an acrylic resin addition.

15 This mixture was then further admixed with a total of 6 kg of customary additives, 1 kg of a commercially customary flattening paste, and 3 kg of a talc paste, and the components were intimately mixed. Finally, 4.5 kg of water and 0.5 kg of polyurethane thickener were

20 added and the mixture was again stirred.

#### Preparation of an inventive pigment paste B2

The pigment paste of the invention was prepared as follows (the % are by weight):

25 First of all, 1.8 kg of water (15%) were mixed with 0.21 kg of Viscalex HV30 (1.75%). Then a further 4.68 kg of water (39%) were added, followed by 0.26 kg of 10% strength dimethylethanolamine solution (2.17%).

- 20 -

After that, 0.7 kg of surfynol (5.83%) and 0.25 kg of Hydropalat 3037 (2.1%) were added.

The whole mixture was then stirred for 20 minutes.

Thereafter, 4.1 kg of 65% chromated aluminum paste  
5 (34.15%) were added and the resultant mixture was stirred for a further 30 minutes.

Preparation of a pigmented coating composition B3

12% by weight of the inventive pigment paste B2 were  
10 added to 86% by weight of the pigment-free coating composition B1 and the two constituents were mixed thoroughly with the addition of 2 kg of water (2%).

The resulting pigmented coating composition was  
15 substantially free from solvents, had very good transport properties, and exhibited an outstanding stability on storage.

BASF Coatings AG

PAT 01087 DE

- 21 -

September 2, 2002

What is claimed is:

1. An aqueous pigment paste free from binders and grinding resins, comprising based on its overall amount  
5  
(A) from 15 to 40% by weight of at least one metal pigment,  
(B) from 0.45 to 0.75% by weight of at least one nonassociative thickener comprising at least one methacrylate copolymer based on C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> alkyl (meth)acrylate and (meth)acrylic acid,  
10  
(C) from 0.1 to 0.4% by weight of at least one organic amine,  
15  
(D) from 0.5 to 8% by weight of at least one nonionic surfactant, and  
20  
(E) at least 50% by weight of water.
2. The paste as claimed in claim 1, wherein the thickener (B) contains in copolymerized form at least two different C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> alkyl (meth)acrylate monomers.  
25

- 22 -

3. The paste as claimed in either of claims 1 and 2, wherein the thickener (B), based on its overall amount, contains from 40 to 60% by weight of methacrylic acid in copolymerized form.

5

4. The paste as claimed in any of claims 1 to 3, wherein the organic amine (C) is selected from the group of the tertiary amines.

- 10 5. The paste as claimed in claim 4, wherein the tertiary amine (C) is selected from the group of the hydroxylalkylamines.

- 15 6. The paste as claimed in claim 5, wherein the hydroxylalkylamine (C) is dimethylethanolamine.

7. The paste as claimed in any of claims 1 to 6, wherein the metal pigment (A) is an aluminum pigment.

20

8. The paste as claimed in any of claims 1 to 7, comprising based on its overall amount at least 52% by weight, in particular 54% by weight, of water.

25

9. The paste as claimed in any of claims 1 to 8, comprising based on its overall amount

(A) 34% by weight of an aluminum pigment,

- 23 -

(B) 0.53% by weight of a nonassociative thickener comprising at least one methacrylate copolymer based on C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> alkyl (meth)acrylate and (meth)acrylic acid,

5

(C) 0.22% by weight of an organic amine,

(D) 0.61% by weight of a nonionic surfactant, and

10

(E) 54% by weight of water.

10. The use of an aqueous pigment paste free from binders and grinding resins, as claimed in any of claims 1 to 9, for preparing aqueous effect, or color and effect, coating materials.

15

11. The use as claimed in claim 10, wherein the aqueous coating materials are aqueous basecoat materials.

20

12. The use as claimed in claim 10 or 11, wherein the aqueous coating materials serve for producing multicoat effect, or color and effect, paint systems.

25

13. A process for preparing an aqueous effect or color and effect coating material by mixing at least one pigment paste with at least one aqueous mixing varnish comprising at least one water-soluble

- 24 -

and/or -dispersible binder and homogenizing the resulting mixture, which comprises using at least one aqueous pigment paste free from binders and grinding resins, as claimed in any of claims 1 to 9, in an amount such that the resulting aqueous effect or color and effect coating material comprises based on its overall amount

- from 0.1 to 6% by weight of at least one metal pigment (A),

- from 0.05 to 2% by weight of at least one non-associative thickener (B) comprising at least one methacrylate copolymer based on C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> alkyl (meth)acrylate and (meth)acrylic acid, and

- from 0.02 to 2.4% by weight of at least one nonionic surfactant (D).

14. The process as claimed in claim 13, wherein the binder is selected from the group consisting of random, alternating and block, linear, branched, and comb addition (co)polymers of ethylenically unsaturated monomers or polyaddition resins and/or polycondensation resins.

15. The process as claimed in claim 14, wherein the addition (co)polymers of ethylenically unsaturated monomers are selected from the group consisting of

- 25 -

(meth)acrylate (co)polymers and partially hydrolyzed polyvinyl esters, especially (meth)acrylate copolymers, and the polyaddition resins and/or polycondensation resins are selected from the group consisting of polyesters, alkyds, polyurethanes, polylactones, polycarbonates, polyethers, epoxy resin-amine adducts, polyureas, polyamides, polyimides, polyester-polyurethanes, polyether-polyurethanes, and polyester-polyether-polyurethanes, especially polyester-polyurethanes.



BASF Coatings AG

PAT 01087 DE

September 2, 2002

**Abstract**

An aqueous pigment paste free from binders and grinding resins, comprising based on its overall amount

- (A) from 15 to 40% by weight of at least one metal pigment, especially an aluminum pigment,
- (B) from 0.45 to 0.75% by weight of at least one non-associative thickener comprising at least one methacrylate copolymer based on C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> alkyl (meth)acrylate and (meth)acrylic acid,
- (C) from 0.1 to 0.4% by weight of at least one organic amine,
- (D) from 0.5 to 8% by weight of at least one nonionic surfactant, and
- (E) at least 50% by weight of water;

its use for preparing aqueous coating materials, and processes for the preparation.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☒ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☒ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☒ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**